

## BAB III

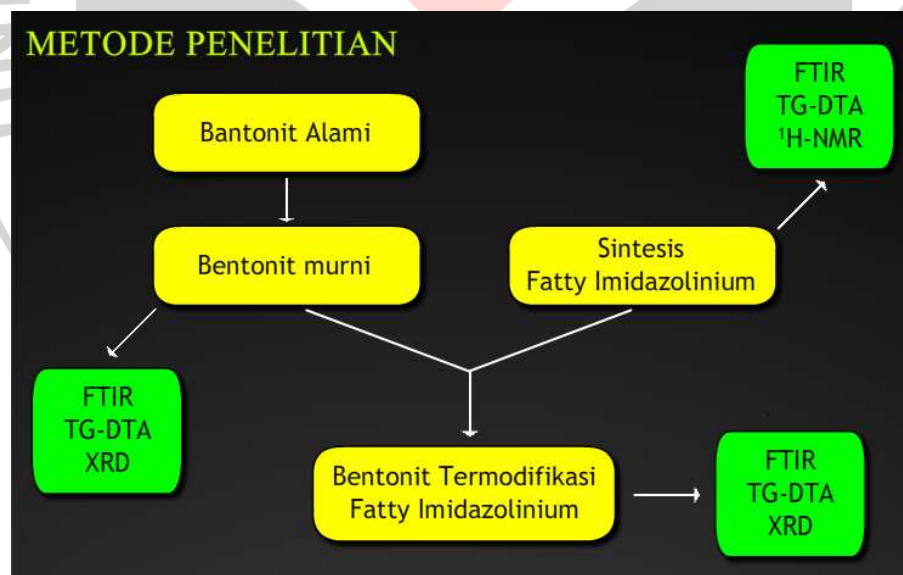
### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian

Pelaksanaan penelitian dimulai sejak bulan Maret sampai dengan bulan Juli 2009 di Laboratorium Riset Kimia Makanan dan Material, serta Laboratorium Kimia Analitik Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pendidikan Indonesia.

#### 3.2 Sistematika Penelitian

Penelitian akan dilakukan berdasarkan desain yang dapat digambarkan pada skema berikut:



**Gambar 3.1** Skema desain penelitian

### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Peralatan yang digunakan untuk tahapan preparasi dan sintesis *fatty imidazolinium* antara lain:

1. Satu set alat *rotary evaporator* merk *Shimadzu*, Jepang
2. neraca analitik
3. alat-alat gelas
4. *Magnetic Stirrer*
5. *Aluminum foil*
6. Satu set alat refluks,
7. Kertas saring *Whatman 41*
8. Corong *Buchner*
9. *Vaccum*
10. *Hot plate*
11. FTIR (SHIMADZU, FTIR-8400)
12.  $^1\text{H-NMR}$
13. (TG/DTA)200 Seiko SSC tipe 5200H.
14. XRD Panalytical

#### 3.3.2 Bahan

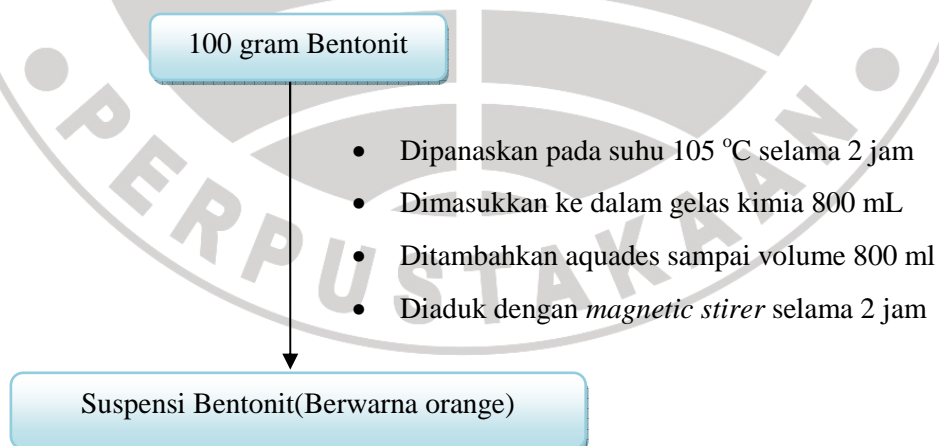
Bahan-bahan yang digunakan untuk keseluruhan penelitian ini adalah:

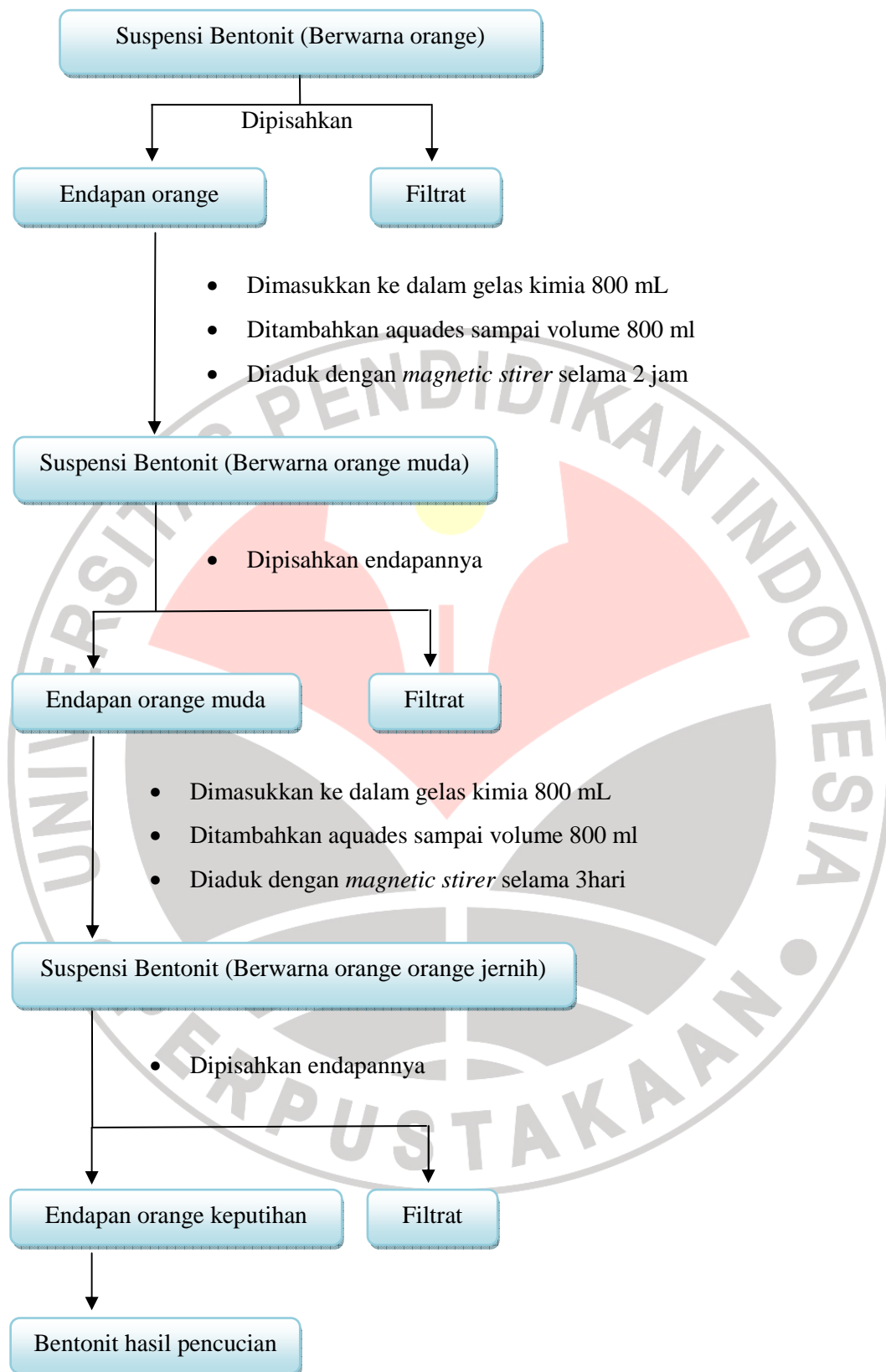
1. Bentonit
2. Asam oleat-*cis* ekstrak *pure*

3. Asam stearat p.a
4. Asam palmitat p.a
5. Metil iodida p.a
6. Dietilenatriamina p.a
7. Asetonitril teknis
8. Metilen klorida teknis
9. Etil asetat teknis
10. Kalsium oksida p.a
11. Metanol teknis
12. Etanol teknis

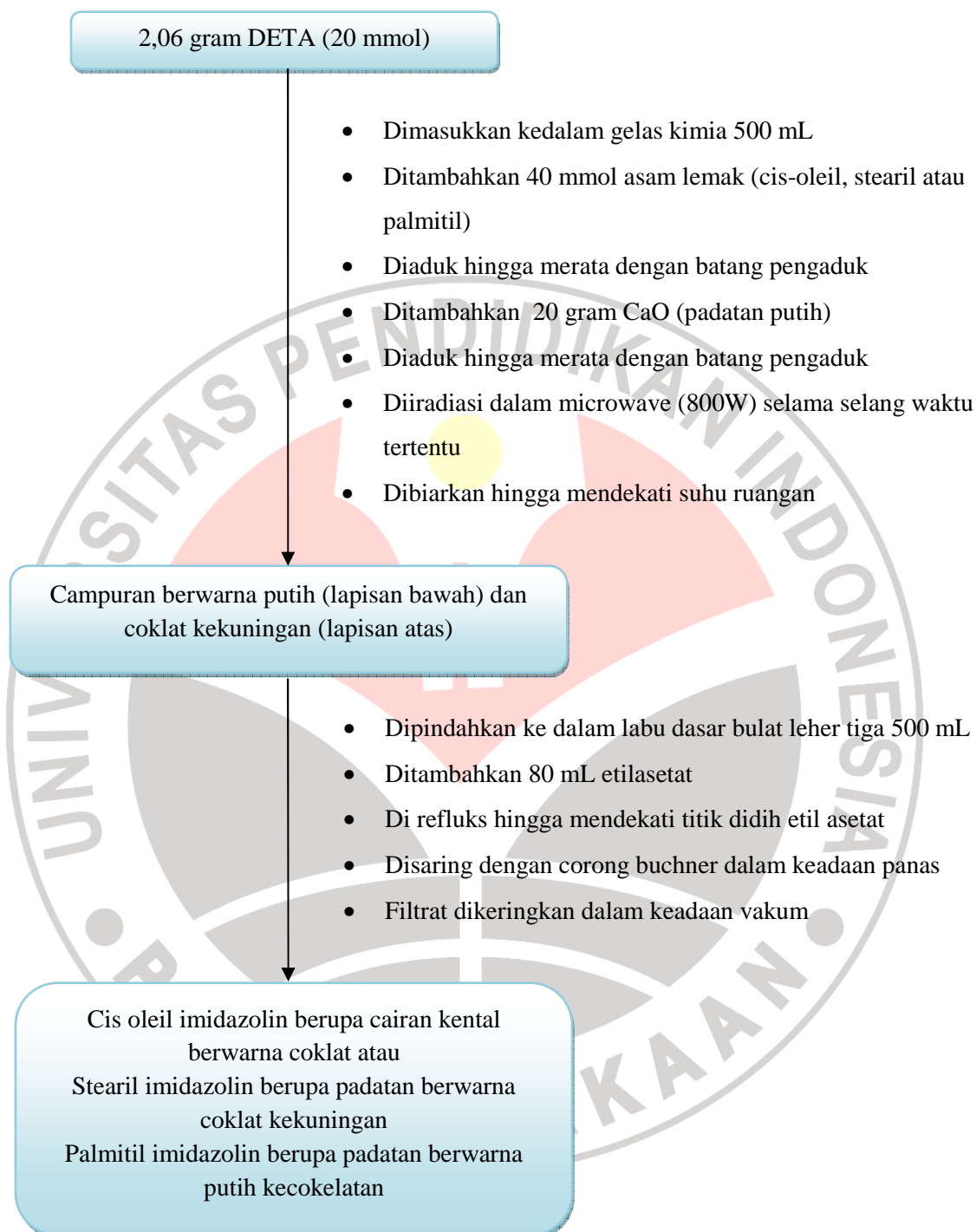
#### 3.4. Diagram Alir Penelitian

Tahapan kerja dari metode penelitian ini ditunjukkan dengan diagram di bawah ini:

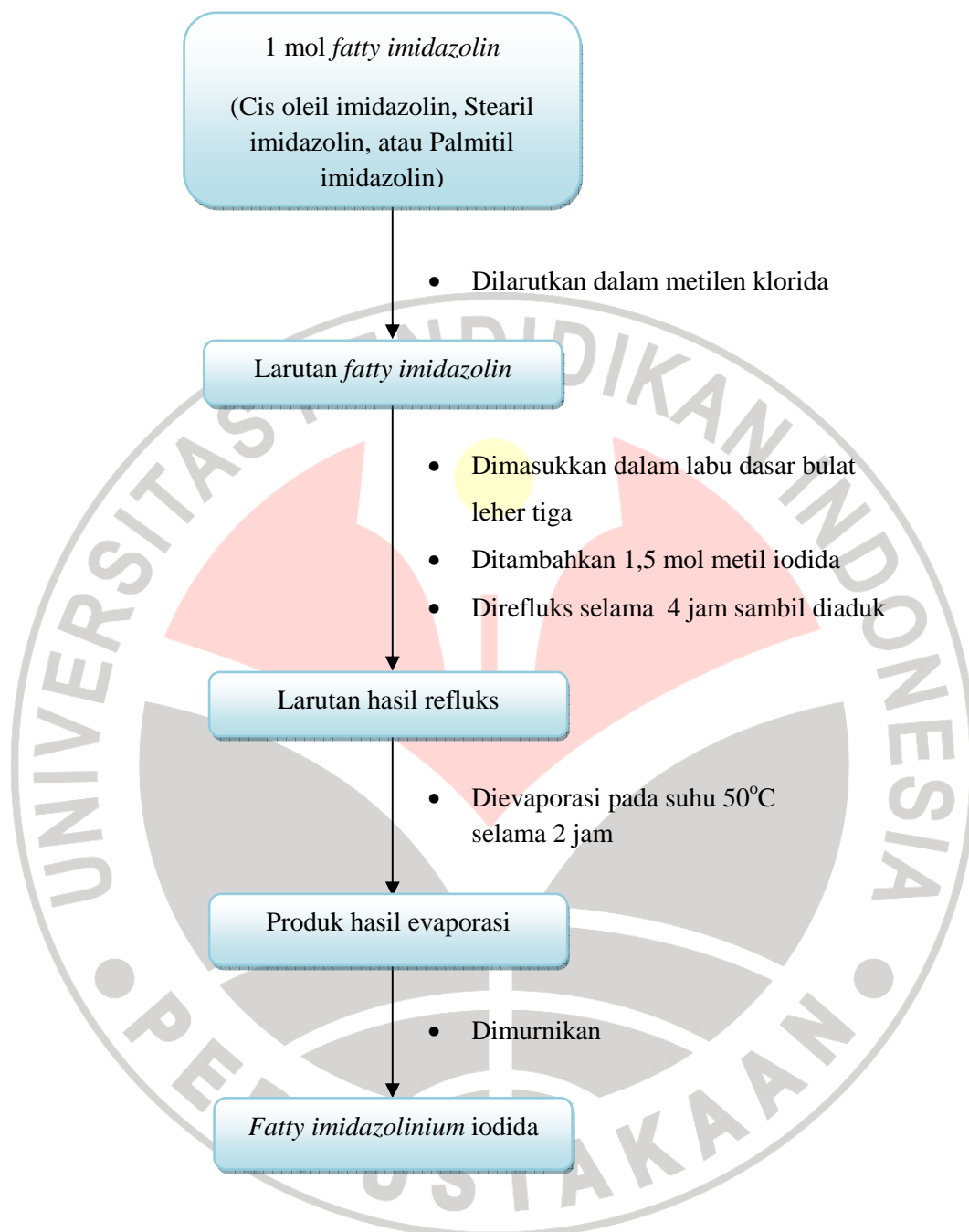




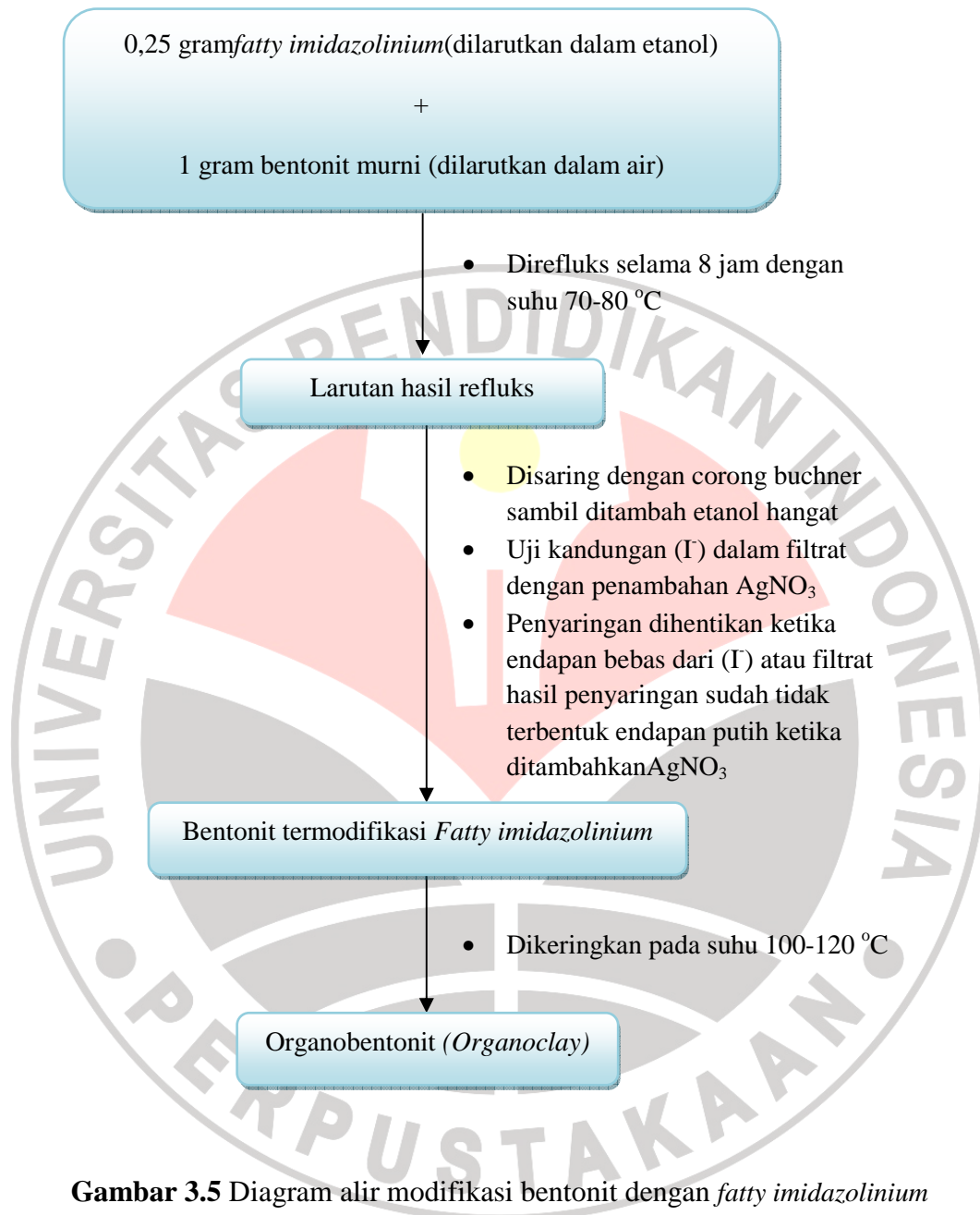
**Gambar 3.2** Diagram alir pencucian bentonit



**Gambar 3.3** Diagram alir sintesis *fatty imidazolin*



**Gambar 3.4** Diagram alir sintesis *fatty imidazolinium*



**Gambar 3.5** Diagram alir modifikasi bentonit dengan *fatty imidazolinium*

### 3.5 Tahapan Karakterisasi

#### 3.5.1 Karakterisasi Struktur

##### 3.5.1.1 Analisis FTIR

Pada penentuan struktur atau gugus fungsi dari bentonit, *fatty imidazolinium*, dan bentonit termodifikasi *fatty imidazolinium* dilakukan analisis menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) di Laboratorium Instrumen Jurusan Pendidikan Kimia FPMIPA UPI Bandung. Analisis tersebut bertujuan untuk menentukan gugus fungsi suatu senyawa.

Walaupun sebuah molekul yang paling sederhana sekalipun dapat memberikan spektrum yang sangat rumit, namun dari hal itu dapat diambil keuntungan dengan membandingkan spektrum senyawa yang tidak diketahui terhadap spektrum cuplikan yang asli. Suatu kesesuaian puncak demi puncak merupakan bukti yang kuat tentang identitasnya (Silverstein, 1984).

Hal itu pula yang diterapkan pada penelitian ini yaitu dengan membandingkan spektra sebelum dan sesudah sintesis, adanya kesesuaian ataupun perbedaan puncak yang teramati dapat menjelaskan struktur senyawa yang dihasilkan.

##### 3.5.1.2 Analisis $^1\text{H-NMR}$

Penentuan struktur dari *fatty imidazolinium* yang telah disintesis tidak cukup hanya dengan mengetahui gugus-gugus fungsi yang diketahui dengan FTIR, namun untuk lebih jelasnya digunakan spektroskopi NMR (*nuclear magnetic resonance*). Pada penelitian ini hanya menggunakan  $^1\text{H-NMR}$ , dalam



hal ini untuk mengetahui pergeseran dari ikatan C-H pada garam *fatty imidazolinium* yang telah disintesis. Pengujian struktur menggunakan  $^1\text{H-NMR}$  dilakukan di Pusat Penelitian Kimia Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Serpong.

Hasil dari pengujian  $^1\text{H-NMR}$  berupa spektra NMR yang terdiri dari puncak-puncak, dimana luas puncak menunjukkan jumlah H dengan lingkungan kimia tertentu, sedangkan pada arah sumbu x menunjukkan banyaknya jenis atom H yang memiliki lingkungan kimia yang berbeda. Berbeda halnya dengan spektra FTIR yang dibandingkan dengan spektra bahan awal, pada  $^1\text{H-NMR}$  spektra *fatty imidazolinium* dibandingkan dengan spektra *fatty imidazolinium* pada penelitian sebelumnya yaitu yang telah dilakukan oleh Divya dan Tyagi, 2008.

### 3.5.2 Karakterisasi Sifat Fisikokimia

Terhadap bentonit akan dilakukan uji kestabilan termal menggunakan TG/DTA dan karakteristik jarak antar lapisannya menggunakan Difraksi Sinar-X (XRD). Bentonit termodifikasi *fatty imidazolinium* diperoleh melalui proses pertukaran kation pada bentonit dengan kation cairan ionik imidazolinium. Keberhasilan proses pertukaran kation dan kualitas bentonit termodifikasi ini dikarakterisasi strukturnya menggunakan metode FTIR dan XRD, sedangkan kestabilan termalnya diuji dengan metode TG/DTA.

Difraksi sinar-X (XRD) digunakan untuk mengetahui perubahan-perubahan yang terjadi akibat bentonit yang dimodifikasi menjadi bentonit-*fatty imidazolinium*. Apabila jarak antar bidang pada bentonit berbeda dengan jarak

antar bidang bentonit-*fatty imidazolinium* maka dimungkinkan *fatty imidazolinium* terdapat di bagian *interlayer* bentonit.

